

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 424.3—XXXX

代替 YS/T 424.3—2000

二硼化钛粉化学分析方法 第3部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of titanium diboride powder—

Part 3: Determination of iron content—

1,10-Phenanthroline spectrophotometry

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 424-202X《二硼化钛粉化学分析方法》的第 3 部分。YS/T 424-202X 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件代替 YS/T 424.3-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 铁量的测定》，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 标准名称更改为《二硼化钛粉化学分析方法 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法》；
- b) 增加了重要提示（见正文）；
- c) 更改了测定范围（见第 1 章，2000 年版的第 1 章）；
- d) 增加了规范性引用文件、术语和定义（见第 2 章、第 3 章）；
- e) 更改了测量波长，由“508nm”更改为“510nm”（见第 4 章，2000 年版的第 2 章）；
- f) 更改了部分试剂（见第 5 章，2000 年版的第 3 章）；
- g) 更改了样品要求（见第 7 章，2000 年版的第 5 章）；
- h) 更改了称样量，增加了分取试液量（见 8.1，2000 年版的 6.1）；
- i) 删除了“独立地进行 3 次测定，取其平均值”（见 2000 年版的 6.1）；
- j) 增加了平行试验（见 8.2）；
- k) 更改了试样处理方法（见 8.4.1，2000 年版的 6.3.1）；
- l) “刚果红试纸”更改为“乙酸-乙酸铵缓冲溶液”（见 8.4.3，2000 年版的 6.3.2）；
- m) 吸收皿由“3 cm”更改为“1 cm”（见 8.4.4，2000 年版的 6.3.3）；
- n) 增加了“按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约”（见第 9 章）；
- o) 更改了允许差（见第 10 章，2000 年版的第 8 章）；
- p) 增加了试验报告条款（见第 11 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中南大学、广东省科学院工业分析检测中心、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、国标(北京)检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、贵州省分析测试研究院、湖南华威景程材料科技有限公司。

本文件主要起草人：郑灵芝、谭朝晖、奉冬文、黄志锋、王芳、许洁瑜、彭小燕、刘争达、侯川、宋义运、皮晓梅、陈岩、殷姝雅、黄英、彭志明、彭波林。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2000 年首次发布为 YS/T 424.3-2000；
- 本次为第一次修订。

引 言

二硼化钛粉是一种灰黑色粉末，具有极好的化学稳定性和抗热振性能，抗氧化温度高，能抗 1100℃ 以下的氧化，其制品具有较高的强度和韧性。

二硼化钛及其复合材料已引起广泛关注，被公认为是具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

YS/T 424-202X 旨在完善二硼化钛粉化学分析方法，拟由 5 部分组成：

- 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件采用 1,10-邻二氮杂菲分光光度法测定二硼化钛粉中的铁含量，测定范围为 0.01%~1.00%。

本文件完善了二硼化钛粉的产业链，有利于生产企业和使用加工企业采用统一的分析方法开展质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

二硼化钛粉化学分析方法

第 3 部分：铁含量的测定 1, 10-邻二氮杂菲分光光度法

重要提示：使用焦硫酸钾熔融时宜戴护目镜，建议佩戴手套。溶解熔融物时应小心操作。

1 范围

本文件规定了二硼化钛粉中铁含量的测定方法。

本文件适用于二硼化钛粉中铁含量的测定。测定范围：0.01%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以焦硫酸钾熔融，以稀硫酸浸取，用柠檬酸络合钛，铁(III)用盐酸羟胺还原为铁(II)，在 pH=5 左右，二价铁离子与 1, 10-邻二氮杂菲生成红色络合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上纯度的水。

5.1 焦硫酸钾（粉状）。

5.2 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.3 盐酸（1+1）。

5.4 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL）。

5.5 硫酸（1+9）。

5.6 柠檬酸溶液（500 g/L）。

5.7 盐酸羟胺溶液（100 g/L），现用现配。

5.8 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：pH \approx 5，称取 250 g 乙酸铵溶于水中，加入 25 mL 冰乙酸，用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.9 铁标准贮存溶液：称取经 110 °C 烘 2 h 后的三氧化二铁（基准试剂）0.1430 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 40 mL 盐酸(5.3)，盖上表面皿，低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μ g 铁。

5.10 铁标准溶液：移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(5.9)置于 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 10 μg 铁。

5.11 1,10-邻二氮杂菲指示剂 (2.5 g/L 乙醇溶液)。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

样品为粉末状，粒度应不大于 0.104 mm。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品，精确至 0.000 1g。

表 1 试料量及分取试液量

铁含量 %	试料量 g	焦硫酸钾量 g	分取试液量 mL
0.01~0.10	0.20	8	10.00
>0.10~0.50	0.15	7	10.00
>0.50~1.00	0.10	6	5.00

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料(8.1)置于 30 mL 瓷坩埚中，按表 1 加入焦硫酸钾(5.1)并拌匀，在电热板上加热，至冒硫酸白烟；再将坩埚置于高温炉中，在 650 $^{\circ}\text{C}$ 熔解 2 min~3 min，夹出坩埚摇匀，再升温至 750 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至红色流体状(约 5 min)，取出冷却。将坩埚置于预先加有 50 mL 硫酸(5.5)的烧杯内，温热溶解熔块，并以热水洗净坩埚。移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中。

8.4.3 加入 5 mL 柠檬酸溶液(5.6)及 2 mL 盐酸羟胺溶液(5.7)，混匀。加入 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(5.8)，混匀。再加入 5 mL 1,10-邻二氮杂菲指示剂(5.11)，用水稀释至刻度，混匀。置于 80 $^{\circ}\text{C}$ ~90 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 5 min，取出，冷却至室温。

8.4.4 将部分溶液移入 1 cm 吸收皿中，以试剂空白溶液作参比，于分光光度计 510 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铁量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0.00mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液(5.10)，分别置于一组 50 mL 容量瓶中，加水至 10 mL，以下按 8.4.3~8.4.4 操作。

8.5.2 以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计，按公式 (1) 计算：

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的铁量，单位为微克 (μg)；

V_0 ——试液的总体积，单位为毫升 (mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)；

V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约，计算结果精确到小数点后两位。

10 允许差

实验室内分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

铁含量 %	允许差 %
0.01~0.05	0.01
>0.05~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.05

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。